

**MANUFACTURE OF GLASS SUBSTRATE FOR INFORMATION RECORDING  
MEDIUM AND MANUFACTURE OF THE MEDIUM**

**Patent number:** JP11025454  
**Publication date:** 1999-01-29  
**Inventor:** ETO NOBUYUKI; TAKAHASHI KOJI  
**Applicant:** HOYA CORP  
**Classification:**  
- **International:** **C03C21/00; G11B5/84; C03C21/00; G11B5/84;** (IPC1-7): G11B5/84; C03C21/00  
- **European:**  
**Application number:** JP19970189134 19970630  
**Priority number(s):** JP19970189134 19970630

**Report a data error here**

**Abstract of JP11025454**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To reduce the sticking of foreign matters, which cause a low flying height and a thermal asphericity by holding a glass substrate with the substrate holder having an acid resistive glass while conducting a liquid process of an information recording medium glass substrate.  
**SOLUTION:** The substrate holder made by a quartz glass and a non-alkaline glass is not chemically reinforced even though it contacts with chemically reinforcement processing liquid. Thus, the generation of the distortion caused by a chemical reinforcement and the deterioration in the strength as a substrate holder are avoided. The holder made of the glass having an antiacid characteristic withstands hydrochloric acid and sulfuric acid. Therefore, the deterioration of the glass substrate is avoided in the acid process to eliminate the foreign matters stuck on the substrate by hydrochloric acid and sulfuric acid and in the surface process by hydrochloric acid and sulfuric acid to seal in alkali and to prevent the elution of alkali.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-25454

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月29日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 1 1 B 5/84

G 1 1 B 5/84

Z

C 0 3 C 21/00

1 0 1

C 0 3 C 21/00

1 0 1

審査請求 未請求 請求項の数9 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平9-189134

(22) 出願日

平成9年(1997) 6月30日

(71) 出願人 000113263

ホーヤ株式会社

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

(72) 発明者 江藤 伸行

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(72) 発明者 高橋 浩二

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(74) 代理人 弁理士 藤村 康夫

(54) 【発明の名称】 情報記録媒体用ガラス基板の製造方法、及び情報記録媒体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 低フライング・ハイト化やサーマル・アスフレリティーの防止の阻害要因になる異物の付着を低減する情報記録媒体用ガラス基板の製造方法等を提供する。

【解決手段】 情報記録媒体用ガラス基板の製造における酸による酸処理工程、化学強化処理液による化学強化工程、洗浄液による洗浄工程などの工程において、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーでガラス基板を保持して前記液処理を行う。

**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】 情報記録媒体用ガラス基板の製造における少なくとも液処理工程において、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーでガラス基板を保持して前記液処理を行うことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 2】 前記液処理工程が、酸による酸処理工程、化学強化処理液による化学強化工程、洗浄液による洗浄工程のうちから選ばれる一以上の工程であることを特徴とする請求項 1 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 3】 ガラス基板を研磨後に、搬送を含めた全ての工程を耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーでガラス基板を保持して行うことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 4】 耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーが、ノンアルカリガラスからなることを特徴とする請求項 1 乃至 3 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 5】 耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーが、石英ガラスからなることを特徴とする請求項 1 乃至 4 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 6】 情報記録媒体用ガラス基板が磁気ディスク用ガラス基板であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 7】 情報記録媒体用ガラス基板が磁気抵抗ヘッド用の磁気ディスク用ガラス基板であることを特徴とする請求項 6 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項 8】 請求項 1 乃至 7 記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法によって得られたガラス基板上に少なくとも記録層を形成することを特徴とする情報記録媒体の製造方法。

【請求項 9】 記録層が磁性層であることを特徴とする請求項 8 記載の情報記録媒体の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は各種情報処理機器における記録媒体として使用される情報記録媒体、及びその基板として用いられる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法等に関する。

**【0002】**

【従来の技術】 各種情報記録媒体の一つとして磁気ディスクがある。磁気ディスクは、基板上に磁性層等の薄膜を形成して構成されたものであり、その基板としてはアルミ基板やガラス基板が用いられてきた。しかし、最近では、高記録密度化の追求に呼応して、アルミと比較して磁気ヘッドと磁気記録媒体との間隔をより狭くすることが可能なガラス基板の占める比率が次第に高くなってきている。このように増加の傾向にあるガラス基板は、

磁気ディスクドライバーに装着された際の衝撃に耐えるように一般的に強度を増すために化学強化されて製造されている。また、ガラス基板表面は磁気ヘッドの浮上高さ（フライングハイト）を極力下げることができるよう、高精度に研磨して高記録密度化を実現している。

【0003】 他方、ガラス基板だけではなく、磁気ヘッドについても薄膜ヘッドから磁気抵抗（MRヘッド）に推移し、高記録密度化に依っている。

【0004】 上述したように高記録密度化にとって必要な低フライングハイト化のために磁気ディスク表面の高い平坦性は必要不可欠である。加えて、MRヘッドを用いた場合、TA（サーマル・アスフェリティー）の問題からも磁気記録媒体の表面には高い平坦性が必要となる。このサーマル・アスフェリティーは、磁気ディスクの表面上に突起があると、この突起にMRヘッドが影響をうけてMRヘッドに熱が発生し、この熱によってヘッドの抵抗値が変動し電磁変換に誤動作を引き起こす現象である。

【0005】 このように、低フライングハイト化にとっても、サーマル・アスフェリティーの発生防止のためにも磁気ディスク表面の高い平坦性の要請は日増に高まってきている。このような、磁気ディスク表面の高い平坦性を得るためには結局高い平坦性の基板表面が求められることになるが、もはや、高精度に基板表面を研磨するだけでは、磁気ディスクの高記録密度化を実現できない段階まで来ている。つまり、いくら、高精度に研磨しても基板上に異物が付着しては高い平坦性は得られない。勿論、従来から異物の除去はなされていたが、従来では許容されていた基板上の異物が、今日の高密度化のレベルでは問題視される状況にある。

【0006】 この種の異物としては、例えば、通常の洗浄では除去できない極めて微小な鉄粉、ステンレス、ニッケル、クロム、あるいはこれらの金属酸化物が挙げられる。この鉄粉がガラス基板上に付着した状態で磁性膜等の薄膜を積層すると、磁気ディスク表面に突部が形成され、低フライング・ハイト化や、サーマル・アスフェリティーの防止の阻害要因になる。

【0007】 本願出願人は、このような微小な鉄粉等の金属片がガラス基板に付着することを防止する目的で、化学強化処理液を収納する化学強化処理槽の壁面及びガラス基板を保持する基板ホルダーを、マルテンサイト系又はオーステナイト系等のステンレス合金で構成する技術につき既に出願を行っている（特願平 8 - 3 5 7 5 4 号）。ここで、微小な鉄粉がガラス基板に付着する原因は、化学強化中に、化学強化処理液を収納している化学強化処理槽あるいは、化学強化処理液にガラス基板を沈めるときにガラス基板を保持する基板ホルダーから鉄粉等の金属又は金属酸化物がガラス基板に直接又は化学強化処理液を介して間接的に付着することが一因である。また、化学強化処理は、高温（例えば、350～4

50度)で行うので、ステンレス合金でも特定のステンレス合金を使用しないと、清浄な表面を持った化学強化ガラス基板が得られない。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】磁気ディスク用ガラス基板等の製造においては、ガラス基板を研磨後、化学強化処理の他に、ガラス基板に付着した鉄粉等の金属片などの異物の除去を目的とする塩酸等による処理(特願平9-41513号)や、アルカリを封入してアルカリの溶出を防止する目的で行われる硫酸等による表面処理

(特願平8-359152号)などの特徴的な工程を要する。この際、作業効率の向上や異物が付着する機会を極力低減するため、化学強化処理工程や塩酸や硫酸による酸処理工程において、同一の基板ホルダーを使用することが好ましい。しかしながら、例えば、マルテンサイト系又はオーステナイト系等のステンレス合金で作製した基板ホルダーは、化学強化処理液に対する耐性は有するが、塩酸や硫酸などの酸に対する耐性が十分でないため、同一の基板ホルダーを使用できないという問題がある。これは、ステンレス等で作製した基板ホルダーは、塩酸や硫酸による酸処理工程で使用した場合、塩酸や硫酸などの酸に対する耐性が十分でないため、鉄等の異物を発生することがあり、ガラス基板を汚染する恐れがあるからである。したがって、基板ホルダーを取り替えるために基板を入れ替える作業が必要となり、異物が付着する機会が増加するとともに、作業効率上も好ましくない。

【0009】本発明は上述した背景の下になされたものであり、低フライング・ハイト化やサーマル・アスフェリティーの防止の阻害要因になる異物の付着を低減しうる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法の提供を第一の目的とする。また、酸処理工程において、鉄等の異物を発生する恐れが全くなく、さらに製品不良の原因となる不純物を発生してガラス基板を汚染する恐れが全くない情報記録媒体用ガラス基板の製造方法の提供を第二の目的とする。さらに、各種工程において同一の基板ホルダーを使用できる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法の提供を第三の目的とする。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明では、以下の構成を採用した。

【0011】本発明の第1の構成は、情報記録媒体用ガラス基板の製造における少なくとも液処理工程において、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーでガラス基板を保持して前記液処理を行うことを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0012】本発明の第2の構成は、前記液処理工程が、酸による酸処理工程、化学強化処理液による化学強化工程、洗浄液による洗浄工程のうちから選ばれる一以上の工程であることを特徴とする前記構成1記載の情報

記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0013】本発明の第3の構成は、ガラス基板を研磨後に、搬送を含めた全ての工程を耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーでガラス基板を保持して行うことを特徴とする前記構成1又は2記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0014】本発明の第4の構成は、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーが、ノンアルカリガラスからなることを特徴とする前記構成1乃至3記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0015】本発明の第5の構成は、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーが、石英ガラスからなることを特徴とする前記構成1乃至4記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0016】本発明の第6の構成は、情報記録媒体用ガラス基板が磁気ディスク用ガラス基板であることを特徴とする前記構成1乃至5記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0017】本発明の第7の構成は、情報記録媒体用ガラス基板が磁気抵抗ヘッド用の磁気ディスク用ガラス基板であることを特徴とする前記構成6記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【0018】本発明の第8の構成は、前記構成1乃至7記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法によって得られたガラス基板上に少なくとも記録層を形成することを特徴とする情報記録媒体の製造方法。

【0019】本発明の第9の構成は、記録層が磁性層であることを特徴とする前記構成8記載の情報記録媒体の製造方法。

#### 【0020】

【作用】本発明で使用する石英ガラスやノンアルカリガラス等で作製した基板ホルダーは、ステンレス等で作製した基板ホルダーに比べ、鉄等の異物を発生する恐れが材質的に全くなく、さらに基板ホルダーの材質が製品と同じガラスであり製品不良の原因となる不純物を含有していないので、ガラス基板を汚染する恐れが全くない。また、石英ガラスやノンアルカリガラス等で作製した基板ホルダーは、化学強化処理液に接触しても化学強化されないで、他の硝種に比べて化学強化による歪みの発生や基板ホルダーとしての強度の低下を回避することができる。さらに、本発明で使用する石英ガラスやノンアルカリガラス等で作製した基板ホルダーは、塩酸や硫酸等に対する耐性を有するとともに、化学強化処理液に対する耐性も有する。したがって、化学強化処理工程や塩酸や硫酸による酸処理工程において、同一の基板ホルダーを使用できる。また、石英ガラス等で作製した基板ホルダーは、酸処理工程や洗浄工程において超音波を印加する場合であっても、超音波を減衰させることがないので洗浄効果等の低下を回避することができる。

【0021】以下、本発明を詳細に説明する。

【0022】本発明では、情報記録媒体用ガラス基板の製造における少なくとも液処理工程において、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーでガラス基板を保持して各種液処理を行うことを特徴とする。

【0023】ここで、耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーは、塩酸や硫酸等に対する耐性を有するので、ガラス基板に付着した異物の除去を目的とする塩酸や硫酸による酸処理や、アルカリを封入してアルカリの溶出を防止する目的で行われる塩酸や硫酸による表面処理などの酸処理工程において、鉄等の異物を発生する恐れが材質的に全くなく、さらに製品不良の原因となる不純物を含有していないので、ガラス基板を汚染する恐れが全くない。また、ガラスからなる基板ホルダーは、製品不良の原因となる不純物を含有していないので、化学強化処理工程においてもガラス基板を汚染する恐れが全くない。

【0024】耐酸性を有するガラスからなる基板ホルダーは、塩酸や硫酸等に対する耐性を有するとともに、化学強化処理液に対する耐性も有することが好ましい。これは、ガラスからなる基板ホルダーが、化学強化処理液に接触して化学強化されると、化学強化による歪みの発生や基板ホルダーとしての強度の低下を招くからである。耐酸性とともに化学強化処理液に対する耐性を併せ持つガラスからなる基板ホルダーを用いることで、化学強化処理工程や塩酸や硫酸による酸処理工程において、同一の基板ホルダーを使用でき、基板ホルダーを取り替えるための基板の入れ替え作業が不要となり、異物が付着する機会が減少するとともに、作業効率上も好ましい。

【0025】このような、化学強化処理液に対する耐性も有するガラスとしては、ノンアルカリガラス（無アルカリガラス）（例えば、アルミノ硼珪酸塩ガラス、硼珪酸ガラスなど）や、ソーダライムガラス、結晶化ガラスや、石英ガラスなどが挙げられる。なお、上記ガラス製基板ホルダーは、酸処理工程や洗浄工程において超音波を印加する場合であっても、超音波を減衰させることがないので洗浄効果等の低下を回避することができる。また、ガラス基板の洗浄を目的とする洗浄工程ではガラス基板の洗浄効果を最大限高めるべく洗浄条件が選定されるので、ガラス製基板ホルダーも同レベルで洗浄を行うことができ、したがって、基板ホルダーに付着した異物や不純物に起因する汚染を極力低減できる。

【0026】本発明においては、化学強化処理液による化学強化工程、酸による酸処理工程の他に、洗浄液による洗浄工程や冷却工程等においても本発明のガラス製基板ホルダーを使用できる。また、ガラス基板の研磨後に行われる搬送を含めた全ての工程において本発明のガラス製基板ホルダーを使用できる。これにより、基板ホルダーを取り替えるための基板の入れ替え作業が不要となり、異物が付着する機会が減少するとともに、作業効率上も好ましい。

【0027】なお、耐酸性とともに化学強化処理液に対する耐性を併せ持つ基板ホルダーの材質としては、テフロン等の樹脂やガラスファイバー等で強化した繊維強化樹脂（例えばガラス入りテフロン樹脂等）などが考えられるが、これらの材料を用いた場合、非常に高価となるため製造コストの上昇は避けられない。また、テフロン等の樹脂は接合が容易でなく、接合部分を完全にシールすることが難しく接合部分に各種処理液が侵入して汚染や異物発生の原因となったり、さらに酸処理や超音波処理で接合部分に亀裂等が生ずることでこの亀裂部分に各種処理液が侵入して汚染や異物発生の原因となることがある。一方、本発明のガラス製基板ホルダーは、接合部分を融着等によって完全にシールすることができるので、接合部分に起因した汚染や異物発生がない。

【0028】ガラス製基板ホルダーとしては、種々の形態が考えられるが、ガラス基板に化学強化処理液が所定の状態で接触することが可能であり、液ダレを起こさないものが好ましい。この際、酸や化学強化処理液と接触する部分だけをガラス製とすることもできる。なお、酸処理層や化学強化槽などの槽における処理液と接触する壁面等は、処理液に応じて、マルテンサイト系又はオーステナイト系等のステンレス合金や、ガラス等で形成することが好ましい。マルテンサイト系又はオーステナイト系ステンレス合金は化学強化時の高温域における耐食性が優れているので、鉄、ニッケル、クロム等金属片又は金属酸化物の発塵を防止できる。石英ガラスやノンアルカリガラスは、これらの効果がより以上に発揮できる。

【0029】化学強化処理液による化学強化工程における化学強化方法としては、従来より公知の化学強化法であれば特に制限されない。ガラス転移点の観点からは、転移温度を超えない領域でイオン交換を行う低温型化学強化などが好ましい。化学強化に用いるアルカリ溶融塩としては、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、あるいは、それらを混合した硝酸塩などが挙げられる。化学強化処理液はフィルター等を通して清浄度を高めたり、磁石等により化学強化処理液中の鉄粉等を捕捉して化学強化処理液の清浄度を高めることが好ましい。化学強化処理液の加熱温度は200～500℃ぐらいが好ましい。

【0030】ガラス基板に付着した異物の除去を目的とする酸処理工程では、塩酸を使用することが好ましい。塩酸処理は、特に鉄コンタミを効果的に溶解して除去することができるが、他の異物（例えば、ニッケル、ステンレス、クロム、あるいはそれらの酸化物）も除去することができる。塩酸処理する工程は、情報記録媒体用ガラス基板の製造工程のどの工程で実施してもよいが、研磨工程から完成したガラス基板を梱包する前工程間での間の一工程又は複数の工程で行うことが効果的である。特に、化学強化工程を含む情報記録媒体用ガラス基板の製造方法においては、この化学強化工程の前工程で行う

と、ガラス基板表面における異物による未化学強化部分の発生を効果的に防止できる。また、化学強化工程以降の工程をクリーン・ブース等により清浄度の高い空気を循環させた雰囲気下で行い、ガラス基板の梱包前に塩酸処理しても良い。塩酸処理においては、単に塩酸とガラス基板を接触させるだけでなく、塩酸処理中に超音波をかけたりして効果を高めることができる。塩酸は、1～12規定の濃度の希塩酸又は濃塩酸が好ましい。

【0031】アルカリを封入してアルカリの溶出を防止する目的で行われる酸による表面処理工程では、化学強化処理後のガラス基板の表面を、加熱された酸で処理することが好ましい。その際、加熱された酸の種類や温度及び濃度等を制御することによって、ガラス基板に付着した析出溶融塩を除去すると同時に、ガラス表面の変質を高いレベルで防止しうる表面状態とする。加熱された酸による処理によって、ガラス表面の変質（やけ等）を高いレベルで防止できる理由は完全には明らかではないが、ガラス表面が、 $\text{Si-O-Na}$ の非架橋状態から、 $\text{Si-O-Na}$ の $\text{Na}^+$ がヒドロニウムイオンとイオン交換されて水和状態になり、その後、加熱脱水によってシラノール基が形成され、そのシラノール基が脱水されてガラス表面で $\text{Si-O-Si}$ の架橋化がなされるためであると考えられる。表面にヤケや析出溶融塩等のないガラス基板を使用することで、磁気ディスクとしても高品質となる。すなわち、磁気ディスク等とした場合にヤケや析出溶融塩等に基づく突起に起因するベッドクラッシュを起こすことがなく、磁性層等の膜にヤケや析出溶融塩等に起因する欠陥が発生しエラーの原因となるということもない。また、ガラス表面の変質を高いレベルで防止できる磁気ディスク用ガラス基板を使用することで、耐候性及び寿命に優れた高い信頼性を有する磁気ディスク等を製造できる。

【0032】加熱された酸による処理は、例えば、熱濃硫酸（例えば、濃度96%以上の濃硫酸）、加熱した硫酸、リン酸、硝酸、フッ酸、塩酸などの酸や、これらの酸の混酸、あるいはこれらの酸にこれらの酸の塩（フッ化アンモニウム、硝酸カリウムなど）を加えた処理液にガラス基板を浸漬して行う。この場合、超音波を印加しつつ処理を行ってもよい。なお、これらの酸のうちでも、析出溶融塩の除去及びガラス表面の変質防止の面で、熱濃硫酸（例えば、100℃超の濃度96%以上の熱濃硫酸）が好ましい。加熱された酸による処理は、同一又は異なる酸の処理層を複数設け、ガラス基板を順次浸漬して行なってもよい。この場合、酸の温度や濃度を異ならしめても良い。加熱された酸の加熱温度は、ガラス基板表面近傍のアルカリイオンの溶出を抑制しうる温度であればよい。加熱された酸の加熱温度は、40℃～ガラス転移点程度の温度が好ましく、80℃～300℃程度がさらに好ましく、100℃超～300℃程度がより以上に好ましい。加熱された酸の加熱温度が低いとガ

ラス表面で $\text{Si-O-Si}$ の架橋化がなされないためガラス表面が変質しやすくなる。また、300℃を超えるとガラス基板中のKイオンが基板内部に移動するため、ガラス基板の強度が低下する。なお、加熱された酸の加熱温度が100℃超えると、ガラス基板表面の変質防止能力が飛躍的に向上する。酸の濃度は、析出溶融塩の除去及びガラス表面の変質防止を考慮して決定される。使用する酸によって最適濃度が異なるが、例えば、硫酸を用いる場合は、50wt%以上が好ましく、95wt%以上がさらに好ましい。加熱された酸による処理時間は、1分～2時間程度が好ましい。熱濃硫酸を用いる場合は1分～1時間程度が好ましい。

【0033】本発明では、各工程の前後で必要に応じ適宜一般的な洗浄を行う。一般的な洗浄としては、市販の洗浄剤（中性洗剤、界面活性剤、アルカリ性洗浄剤など）による洗浄、スクラブ洗浄、純水洗浄、溶剤洗浄、溶剤蒸気乾燥、遠心分離乾燥等が挙げられる。各洗浄では、加熱や超音波印加を行ってもよい。超音波は、ある周波数範囲で発振する多周波数型のもの、あるいは、一定の周波数で発振する固定周波数型のもののいずれであってもよい。周波数は低いほど洗浄効果は高いが、ガラス基板に与えるダメージも大きくなるので、これらのことを考慮して決定する。蒸気乾燥は、乾燥速度が速いので乾燥によるシミが発生しにくい。蒸気乾燥に用いる溶剤としては、イソプロピルアルコール、フロン、アセトン、メタノール、エタノールなどが挙げられる。

【0034】本発明で処理する、ガラス基板の種類、サイズ、厚さ等は特に制限されない。ガラス基板の材質としては、例えば、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス、ソーダアルミノケイ酸ガラス、アルミノボロシリケートガラス、ボロシリケートガラス、石英ガラス、チェーンシリケートガラス、又は、結晶化ガラス等のガラスセラミックなどが挙げられる。

【0035】アルミノシリケートガラスとしては、 $\text{SiO}_2$ : 62～75重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 5～15重量%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 4～10重量%、 $\text{Na}_2\text{O}$ : 4～12重量%、 $\text{ZrO}_2$ : 5.5～15重量%を主成分として含有するとともに、 $\text{Na}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.5～2.0、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ の重量比が0.4～2.5である化学強化用ガラス等が好ましい。また、 $\text{ZrO}_2$ の未溶解物が原因で生じるガラス基板表面の突起をなくすためには、モル%表示で、 $\text{SiO}_2$ を57～74%、 $\text{ZnO}_2$ を0～2.8%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ を3～15%、 $\text{Li}_2\text{O}$ を7～16%、 $\text{Na}_2\text{O}$ を4～14%含有する化学強化用ガラス等を使用することが好ましい。このような組成のアルミノシリケートガラス等は、化学強化することによって、抗折強度が増加し、圧縮応力層の深さも深く、ヌーブ硬度にも優れる。

【0036】上記で得られる本発明の情報記録媒体用ガラス基板は、磁気記録媒体用のガラス基板、光磁気ディ

スク用のガラス基板、光ディスクなどの電子光学用ディスク基板として利用できる。特に、磁気抵抗型（大型磁気抵抗型ヘッドも含む）ヘッドで記録再生する磁気抵抗型ヘッド用の磁気ディスク基板、及びそれを用いた情報記録媒体の製造方法に好適に利用できる。

【0037】次に、本発明の情報記録媒体の製造方法について説明する。

【0038】本発明の情報記録媒体の製造方法は、上記本発明で得られる情報記録媒体用ガラス基板上に、少なくとも磁性層等の記録層を形成することを特徴とする。

【0039】本発明では、特に、磁気記録媒体の場合、サーマル・アスフェリティーあるいはヘッドクラッシュの原因となる異物等が発生することがないので、ガラス基板上に磁性層等を形成した磁気記録媒体を高歩留まりで製造することができる。この磁気記録媒体は、磁気抵抗型ヘッドの機能を十分に引き出すことができる。また、磁気抵抗型ヘッドに好適に使用することができるCoPt系等の磁気記録媒体としてもその性能を十分に引き出すことができる。同様に、磁気記録媒体の記録・再生面においてもサーマル・アスフェリティーの原因となる異物等によって形成される凸部が発生せず、より高いレベルでヘッドクラッシュを防止できる。また、サーマル・アスフェリティーの原因となる異物等によって、磁性層等の膜に欠陥が発生しエラーの原因となるということもない。

【0040】磁気記録媒体は、通常、所定の平坦度、表面粗さを有し、必要に応じ表面の化学強化処理を施した磁気ディスク用ガラス基板上に、下地層、磁性層、保護層、潤滑層を順次積層して製造する。

【0041】磁気記録媒体における下地層は、磁性層に応じて選択される。

【0042】下地層としては、例えば、Cr、Mo、Ta、Ti、W、V、B、Alなどの非磁性金属から選ばれる少なくとも一種以上の材料からなる下地層等が挙げられる。Coを主成分とする磁性層の場合には、磁気特性向上等の観点からCr単体やCr合金であることが好ましい。また、下地層は単層とは限らず、同一又は異種の層を積層した複数層構造とすることもできる。例えば、Cr/Cr、Cr/CrMo、Cr/CrV、CrV/CrV、Al/Cr/CrMo、Al/Cr/Cr、Al/Cr/CrV、Al/CrV/CrV等の多層下地層等が挙げられる。

【0043】磁気記録媒体における磁性層の材料は特に制限されない。

【0044】磁性層としては、例えば、Coを主成分とするCoPt、CoCr、CoNi、CoNiCr、CoCrTa、CoPtCr、CoNiPtや、CoNiCrPt、CoNiCrTa、CoCrTaPt、CoCrPtSiOなどの磁性薄膜が挙げられる。磁性層は、磁性膜を非磁性膜（例えば、Cr、CrMo、Cr

Vなど）で分割してノイズの低減を図った多層構成（例えば、CoPtCr/CrMo/CoPtCr、CoCrTaPt/CrMo/CoCrTaPtなど）としてもよい。

【0045】磁気抵抗型ヘッド（MRヘッド）又は大型磁気抵抗型ヘッド（GMRヘッド）対応の磁性層としては、Co系合金に、Y、Si、希土類元素、Hf、Ge、Sn、Znから選択される不純物元素、又はこれらの不純物元素の酸化物を含有させたものなども含まれる。

【0046】また、磁性層としては、上記の他、フェライト系、鉄-希土類系や、SiO<sub>2</sub>、BNなどからなる非磁性膜中にFe、Co、FeCo、CoNiPt等の磁性粒子が分散された構造のグラニューなどであってもよい。また、磁性層は、内面型、垂直型のいずれの記録形式であってもよい。

【0047】磁気記録媒体における保護層は特に制限されない。

【0048】保護層としては、例えば、Cr膜、Cr合金膜、カーボン膜、ジルコニア膜、シリカ膜等が挙げられる。これらの保護膜は、下地層、磁性層等とともにインライン型スパッタ装置で連続して形成できる。また、これらの保護膜は、単層としてもよく、あるいは、同一又は異種の膜からなる多層構成としてもよい。

【0049】本発明では、上記保護層上に、あるいは上記保護層に替えて、他の保護層を形成してもよい。例えば、上記保護層に替えて、Cr膜の上にテトラアルコキシランをアルコール系の溶媒で希釈した中に、コロイダルシリカ微粒子を分散して塗布し、さらに焼成して酸化ケイ素（SiO<sub>2</sub>）膜を形成してもよい。

【0050】磁気記録媒体における潤滑層は特に制限されない。

【0051】潤滑層は、例えば、液体潤滑剤であるパーフロロポリエーテル（PFPE）をフレオン系などの溶媒で希釈し、媒体表面にディッピング法、スピンコート法、スプレー法によって塗布し、必要に応じ加熱処理を行って形成する。

【0052】

【実施例】以下、実施例にもとづき本発明をさらに具体的に説明する。

#### 【0053】実施例1

##### 【0054】（1）荒ざり工程

まず、ダウンドロー法で形成したシートガラスから、研削砥石で直径66mmφ、厚さ3mmの円盤状に切り出したアルミノシリケートガラスからなるガラス基板を、比較的粗いダイヤモンド砥石で研削加工して、直径66mmφ、厚さ1.5mmに成形した。この場合、ダウンドロー法の代わりに、熔融ガラスを、上型、下型、胴型を用いてダイレクト・プレスして、円盤状のガラス体を得てもよい。また、フロート法で形成しても良い。



【0055】なお、アルミノシリケートガラスとしては、モル%表示で、 $\text{SiO}_2$ を57～74%、 $\text{ZnO}_2$ を0～2.8%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ を3～15%、 $\text{LiO}_2$ を7～16%、 $\text{Na}_2\text{O}$ を4～14%、を主成分として含有する化学強化用ガラス（例えば、モル%表示で、 $\text{SiO}_2$ :67.0%、 $\text{ZnO}_2$ :1.0%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ :9.0%、 $\text{LiO}_2$ :12.0%、 $\text{Na}_2\text{O}$ :10.0%を主成分として含有する化学強化用ガラス）を使用した。

【0056】次いで、上記砥石よりも粒度の細かいダイヤモンド砥石で上記ガラス基板の両面を片面ずつ研削加工した。このときの荷重は100kg程度とした。これにより、ガラス基板両面の表面粗さを $R_{\max}$ （JIS B 0601で測定）で10 $\mu\text{m}$ 程度に仕上げた。

【0057】次に、円筒状の砥石を用いてガラス基板の中央部分に孔を開けるとともに、外周端面も研削して直径を65mm $\phi$ とした後、外周端面及び内周面に所定の面取り加工を施した。このときのガラス基板端面の表面粗さは、 $R_{\max}$ で4 $\mu\text{m}$ 程度であった。

#### 【0058】（2）端面鏡面加工工程

次いで、ブラシ研磨により、ガラス基板を回転させながらガラス基板の端面の表面粗さを、 $R_{\max}$ で1 $\mu\text{m}$ 、 $R_a$ で0.3 $\mu\text{m}$ 程度に研磨した。

【0059】上記端面鏡面加工を終えたガラス基板の表面を水洗浄した。

#### 【0060】（3）砂掛け（ラッピング）工程

次に、ガラス基板に砂掛け加工を施した。この砂掛け工程は、寸法精度及び形状精度の向上を目的としている。砂掛け加工は、ラッピング装置を用いて行い、砥粒の粒度を#400、#1000と替えて2回行った。

【0061】詳しくは、はじめに、粒度#400のアルミナ砥粒を用い、荷重 $L$ を100kg程度に設定して、内転ギアと外転ギアを回転させることによって、キャリア内に収納したガラス基板の両面を面精度0～1 $\mu\text{m}$ 、表面粗さ（ $R_{\max}$ ）6 $\mu\text{m}$ 程度にラッピングした。

【0062】次いで、アルミナ砥粒の粒度を#1000に替えてラッピングを行い、表面粗さ（ $R_{\max}$ ）2 $\mu\text{m}$ 程度とした。

【0063】上記砂掛け加工を終えたガラス基板を、中性洗剤、水の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。

#### 【0064】（4）第一研磨工程

次に、第一研磨工程を施した。この第一研磨工程は、上述した砂掛け工程で残留したキズや歪みの除去を目的とするもので、研磨装置を用いて行った。

【0065】詳しくは、ポリシャ（研磨粉）として硬質ポリシャ（セリウムパッドMHC15：スピードファム社製）を用い、以下の研磨条件で第一研磨工程を実施した。

【0066】研磨液：酸化セリウム＋水  
荷重：300g/cm<sup>2</sup>（ $L=238\text{kg}$ ）  
研磨時間：15分

除去量：30 $\mu\text{m}$

下定盤回転数：40rpm

上定盤回転数：35rpm

内ギア回転数：14rpm

外ギア回転数：29rpm

【0067】上記第一研磨工程を終えたガラス基板を、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。

#### 【0068】（5）第二研磨工程

次に、第一研磨工程で使用した研磨装置を用い、ポリシャを硬質ポリシャから軟質ポリシャ（ポリラックス：スピードファム社製）に替えて、第二研磨工程を実施した。研磨条件は、荷重を100g/cm<sup>2</sup>、研磨時間を5分、除去量を5 $\mu\text{m}$ としたこと以外は、第一研磨工程と同様とした。上記第二研磨工程を終えたガラス基板を洗浄する。この洗浄工程からケースへの梱包に至るプロセスは、石英ガラス製の基板ホルダーを用いて各工程及び搬送を実施した。また、これらの各工程及び搬送は、クリーンブースによって供給された清浄な空気的环境下で実施した。石英ガラス製の基板ホルダーは、ガラス基板の配列方向に等間隔でV溝を複数個形成した3本の支柱を、その両端面で連結部材に融着して形成されている。複数のガラス基板は、各ガラス基板が3本の支柱の同一平面内にあるV溝によって3点支持されて保持され、支柱の延在する方向に複数枚配列されている。先ず、最初の洗浄はガラス基板を、中性洗剤、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。なお、各洗浄槽には超音波を印加した。

#### 【0069】（6）塩酸処理

次に、このガラス基板を塩酸で処理してガラス基板の表面と内周及び外周端面に付着している微細な鉄コンタミを溶解して除去した。塩酸処理の方法は、処理槽に収容された塩酸に石英ガラス製基板ホルダーに複数枚保持されたガラス基板を浸漬して（約10分）行った。このように、次工程の化学強化の前に鉄コンタミを除去することにより、膜下欠陥を防止できる。特にこの塩酸処理を化学強化前に行うことは重要である。つまり、鉄コンタミがガラス基板上に付着した状態で化学強化を行うと、鉄コンタミの下のガラス基板の表面部分が化学強化されずに残ってしまい、この未強化部分が膜下欠陥となるからである。このような膜下欠陥の発生を上述の塩酸処理で防止できる。また、有機物の除去も同時に行うことができる。

#### 【0070】（7）化学強化工程

次に、上記工程を終えたガラス基板に化学強化を施した。化学強化は、化学強化処理液を化学強化処理槽に入れ、石英ガラス製基板ホルダーに複数枚保持されたガラス基板を化学強化処理液に浸漬して行う。



【0071】本実施例の石英ガラス製基板ホルダーは化学強化の際必要となる高温域での耐食性に優れ、化学強化されることもない。なお、化学強化処理槽は、オーステナイト系ステンレス合金の SUS304 で構成している。化学強化処理槽の内壁は石英ガラス等で形成しても良い。本実施例の化学強化処理液は、フィルターを通して循環しているので、化学強化処理液が清浄に保たれている。

【0072】化学強化の具体的方法は、硝酸カリウム（60%）と硝酸ナトリウム（40%）を混合した化学強化溶液を用意し、この化学強化溶液を 400℃ に加熱し、300℃ に予熱されたガラス基板を約 3 時間浸漬して行った。この浸漬の際に、石英ガラス製基板ホルダーで、複数のガラス基板が端面で保持されるように保持されているので、ガラス基板の表面全体が化学強化される。このように、化学強化溶液に浸漬処理することによって、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンは、化学強化溶液中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれ置換されガラス基板は強化される。

【0073】ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約 100～200 μm であった。また、化学強化の際、高温の化学強化処理液に接触する基板ホルダーとして石英ガラス製基板ホルダーを用いたこと、化学強化処理槽を化学的耐久性に優れたオーステナイト系ステンレス合金で構成したこと、並びに化学強化処理液をフィルターを通して循環していることにより、化学強化の工程で、鉄粉、クロム等の金属片や金属酸化物等がガラス基板に付着することを防止できた。

【0074】上記化学強化を終えたガラス基板を、20℃ の水槽に浸漬して急冷し約 10 分間維持した。これにより、微小クラックが入った不良品を除去できる。

#### 【0075】（8）洗浄・梱包工程

上記急冷を終えたガラス基板を、約 140℃ に加熱した濃度 96 wt % の熱濃硫酸に浸漬し、加熱した酸による表面処理を行った。この硫酸処理によってガラス基板のアルカリイオンの溶出を防止することができると同時に、ガラス基板上の化学強化処理液による析出塩を除去できる。また、有機物の除去も同時に行うことができる。この後、最終洗浄を行いペーパー乾燥してケースに梱包した。最終洗浄は、ガラス基板を、中性洗剤、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。なお、各洗浄槽には超音波（周波数 40 kHz）を印加した。

【0076】上記の工程を経て得られたガラス基板の主表面の表面粗さ Ra は 0.5～1 nm であった。また、ガラス表面を精密検査したところサーマル・アスフェリティーの原因となる異物等は認められなかった。特に 0.1～5 ミクロン以上の微小鉄粉は全く認められなかった。本実施例では、第二研磨工程に続く各工程及び搬

送を石英ガラス製の基板ホルダーを用いて行っていること以外に、鉄コンタミ等の除去のための塩酸処理、清浄な環境コントロール、化学強化処理液の清浄化コントロールも行っているため、鉄コンタミをほぼ完全に除去することができた。さらに、ガラス基板の表面を、顕微鏡で検査したところ、5 μm 以上のアルカリ溶出によるヤケは発見されなかった。これに対して、加熱された酸による処理を行わないものは 5 μm 以上ヤケが数十～数百個認められた。さらに、温度 85℃、湿度 85% で高温多湿環境試験を 120 時間実施したところ、ヤケ等のガラス基板表面の変質は認められなかった。なお、上述した実施例では塩酸処理を化学強化の前工程で行ったが、化学強化後、硫酸処理後に行ってもよい。あるいは、化学強化の前、化学強化の後、硫酸洗浄の後の全て、又は選択的に組み合わせられた複数工程で行っても良い。

#### 【0077】（9）磁気ディスク製造工程

上述した工程を経て得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、インライン式のスパッタリング装置を用いて、AIN のスパッタによるテクスチャー層、Cr 下地層、CrMo 下地層、CoPtCrTa 磁性層、C 保護層を順次成膜して磁気ディスクを得た。

【0078】得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒット（ヘッドが磁気ディスク表面の突起にかさること）やクラッシュ（ヘッドが磁気ディスク表面の突起に衝突すること）は認められなかった。また、サーマル・アスフェリティーの原因となる異物等によって、磁性層等の膜に欠陥が発生していないことも確認できた。

【0079】なお、本実施例のように石英ガラス製の基板ホルダーを用いて各処理及び搬送を行った基板と、ステンレス製の基板ホルダーを用いて各処理及び搬送を行った比較例とを比較したところ、比較例のものは、ガラス基板の表面上に 10 ミクロン～80 ミクロンの微小鉄粉が数多く認められた。上述の本実施例とこの比較例の結果を比べると、本実施例の優位性が判る。

【0080】また、グライドテストを終えた本実施例の磁気ディスクについて、磁気抵抗型ヘッドで再生試験を行ったが、複数のサンプル（500 枚）の全数についてサーマル・アスフェリティーによる再生の誤動作は認められなかった。石英ガラス製の基板ホルダーの代わりに、ノンアルカリガラス製の基板ホルダーを用いて本実施例と同様に試験したところ、ノンアルカリガラス製の基板ホルダーについても石英ガラス製の基板ホルダーと同様の効果を確認した。

#### 【0081】実施例 2～4

ガラス基板として、アルミノシリケートガラスの代わりにソーダライムガラス（実施例 2）、ソーダアルミノケイ酸ガラス（実施例 3）を用いたこと以外は実施例 1 と同様にして、磁気ディスク用ガラス基板及び磁気ディスクを得た。その結果、実施例 1 と同様に表面に鉄粉等の

金属片がない化学強化ガラスが得られた。

【0082】次に、ガラスの種類を結晶化ガラスに変え、化学強化工程、塩酸処理工程を実施せずに、研磨後に塩酸処理を行った（実施例4）。この場合も上述の実施例と同様の鉄等のコンタミ除去の効果が得られた。

#### 【0083】実施例5

実施例1で得られた磁気ディスク用ガラス基板の両面に、Al（膜厚50オングストローム）／Cr（1000オングストローム）／CrMo（100オングストローム）からなる下地層、CoPtCr（120オングストローム）／CrMo（50オングストローム）／CoPtCr（120オングストローム）からなる磁性層、Cr（50オングストローム）保護層をインライン型スパッタ装置で形成した。

【0084】上記基板を、シリカ微粒子（粒径100オングストローム）を分散した有機ケイ素化合物溶液（水とIPAとテトラエトキシシランとの混合液）に浸し、焼成することによってSiO<sub>2</sub>からなるテクスチャー機能を持った保護層を形成し、さらに、この保護層上をパーフロロポリエーテルからなる潤滑剤でディップ処理して潤滑層を形成して、MRヘッド用磁気ディスクを得た。

【0085】得られた磁気ディスクについてグライドテストを実施したところ、ヒットやクラッシュは認められなかった。また、磁性層等の膜に欠陥が発生していないことも確認できた。さらに、磁気抵抗型ヘッドによる再生試験の結果、サーマル・アスフェリティーによる再生の誤動作は認められなかった。

#### 【0086】実施例6

下地層をAl／Cr／Crとし、磁性層をCoNiCrTaとしたこと以外は実施例5と同様にして薄膜ヘッド用磁気ディスクを得た。上記磁気ディスクについて実施例5と同様のことが確認された。

【0087】以上好ましい実施例を挙げて本発明を説明したが、本発明は必ずしも上記実施例に限定されるものではない。

【0088】例えば、ガラス基板の種類や磁性層の種類は実施例のものに限定されない。

#### 【0089】

【発明の効果】以上説明したように本発明では、低フライング・ハイト化やサーマル・アスフェリティーの防止の阻害要因になる異物等が付着していない情報記録媒体用ガラス基板を得られる。またこの情報記録媒体用ガラス基板を用いて情報記録層等を製造すれば、膜下欠陥のない情報記録媒体が得られる。

【0090】特に、磁気記録媒体の場合、ヘッドクラッシュの無い低フライングハイトを実現できる。更に、磁気抵抗型ヘッドにより電磁変換する磁気記録媒体の場合、サーマル・アスフェリティーの原因となる異物等が発生しないので、サーマル・アスフェリティーによる再生機能の低下を防止することができる。また、サーマル・アスフェリティーの原因となる異物等に起因する製造不良を回避でき、より高品質の磁気記録媒体が高歩留まりで得られる。

【0091】さらに、各種工程において同一の基板ホルダーを使用できるので、基板ホルダーを取り替えるための基板の入れ替え作業が不要となり、異物が付着する機会が減少するとともに、作業効率も向上する。